

Mineral oil laboratory sample test unit has chilling section with Stirling circuit or propellant gas and heat transfer element with dry contacts

Patent number: DE10056131
Publication date: 2001-05-31
Inventor: BURTON PIERRE [FR]
Applicant: INSTRUMENTATION SCIENT DE LABO [FR]
Classification:
- international: B01L7/00; F25B9/00
- european: F25D19/00C; G01N1/42
Application number: DE20001056131 20001113
Priority number(s): FR19990014490 19991118

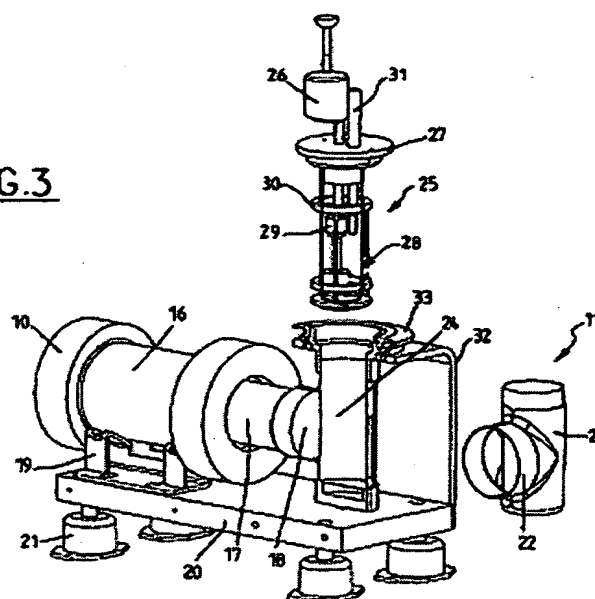
Also published as:

JP2001194278 (A)
GB2360830 (A)
FR2801381 (A1)
CA2325773 (A1)
BE1013463 (A3)

more >>

Abstract of DE10056131

A mineral oil test unit has a chilling section with either a Stirling circuit, or propellant gas (10). The test unit also has a heat transfer element with dry contacts mounted on the chilling section, and in contact with the sample holder cell bringing it to the required temperature. The test unit has a compression module (16) linked to chill probe (17) and an alternating current power supply. The module varies the pressure as required of high pressure helium working gas held in a sub-divided gas chamber. The gas expands within the compression module, probe and probe end (18), maintaining a low temperature as required. The test unit further has a heat transfer element with a dry contact (11) fitted at the same height as the chill probe first end (18). The end probe maintains contact with the sample holder cell, bringing it to the required temperature. The heat transfer element with dry contact is made of copper tube and surrounds the sample cell and is fitted with a copper sleeve.

FIG.3

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



⑮ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 100 56 131 A 1**

⑤① Int. Cl.⁷:
B 01 L 7/00
F 25 B 9/00

⑳ Aktenzeichen: 100 56 131.4
㉔ Anmeldetag: 13. 11. 2000
㉕ Offenlegungstag: 31. 5. 2001

DE 100 56 131 A 1

③① Unionspriorität:
9914490 18. 11. 1999 FR

⑦① Anmelder:
Instrumentation Scientifique DE laboratoire
I.S.L.S.A., Verson, Frankreich, FR

⑦④ Vertreter:
Patentanwälte Westphal, Mussnug & Partner,
78048 Villingen-Schwenningen

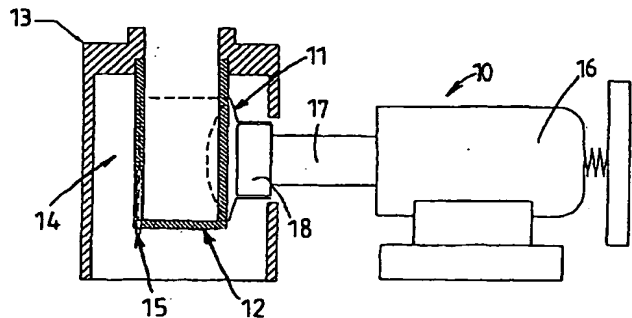
⑦② Erfinder:
Burton, Pierre, Rots, FR

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Kühlvorrichtung für Zellen enthaltend Flüssigkeitsproben

⑤⑦ Vorrichtung, dadurch gekennzeichnet, dass sie einerseits umfasst eine Abkühleinheit mit Stirlingkreislauf oder mit Treibgas (10), bestehend aus einem Kompressionsmodul (16), welches mit einem Kühlfinger (17) in Wechselwirkung steht, der an eine Wechselstromquelle angeschlossen und mit geeigneten Mitteln zur periodischen Änderung des Drucks eines Hochdruck-Arbeitsgases ausgestattet ist, insbesondere von Helium, das eine in verschiedene Abteile aufgeteilte Arbeitskammer auf-füllt, und welches sich im Kompressionsmodul (16) sowie im Kühlfinger (17) ausbreitet, um so in einem sich am Ende des Kühlfingers (17) gegenüber dem Kompressionsmodul (16) oder des ersten Endes (18) befindlichen kalten Abteil eine Ausdehnung des Arbeitsgases zu erzielen, welche auf diese Weise das Erhalten von Niedrig-Tempe-raturen ermöglicht, sowie andererseits Wärmeübertra-gungselemente mit trockenem Kontakt (11), welche auf dem auf der Höhe des ersten Endes (18) des Kühlfingers (17) aufmontiert sind und welche mit der Zelle, welche die Analysenprobe enthält, so in Wechselwirkung steht, dass die besagte Probe auf die erwünschte Temperatur abge-kühlt werden kann.



DE 100 56 131 A 1





Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Kühlvorrichtung für Zellen enthaltend mehr oder weniger viskose Flüssigkeitsproben, insbesondere Proben von Erdölprodukten, zur Analyse innerhalb von Temperaturbereichen von zwischen +50 bis -120°C.

Gewisse physikalisch-chemische Tests im Zusammenhang mit dem Gebiet der Analyse von Erdölprodukten erfordern eine Abkühlung der Analysezellen und der darin enthaltenden Proben auf Temperaturen, welche bis auf -80°C oder in besonderen Fällen sogar auf -120°C sinken; unter diesen Tests sei beispielhaft aber nicht beschränkend die Bestimmung der Grenztemperatur für die Filtrierbarkeit, der Auftaupunkt, der Abflussbeiwert, der Trübungspunkt oder auch der Flammpunkt gemäss Tag und Abel genannt.

Zu diesem Zweck verwendet man üblicherweise eine Vorrichtung der Art wie sie in der Fig. 1 schematisch dargestellt ist, bestehend aus einem Rankin-Kryostat 1, welcher mit einem Behälter für wärmeabführende Kühl-Flüssigkeit ausgestattet ist und welche mit einem Fließkreislauf 2 für diese Flüssigkeit gemäss den Pfeilen a in Wechselwirkung steht, wobei dieser Kreislauf eine Kreislaufpumpe 3 umfasst.

Der Fließkreislauf 2 ist mit einer Rohrschlange 4 ausgestattet, welche die Zelle 5 umwickelt, bevor diese abgekühlt wird. Das Ganze bestehend aus der Rohrschlange 4 und der zu kühlenden Zelle 5 wird in einen Isoliermantel 6 gegeben, welcher einen Wärmedämmstoff 7 enthält. Eine Temperatursonde 8 erlaubt die Temperatur der Zelle 5 zu jedem Zeitpunkt zu überprüfen.

Diese klassische Vorrichtung, bei der die Zelle enthaltend die Probe durch Kontakt mit der Rohrschlange, in welcher die wärmeabführende Kühl-Flüssigkeit zirkuliert, abgekühlt wird, weist eine Reihe von Nachteilen auf.

Es wird insbesondere darauf hingewiesen, dass die Abkühlung einer Zelle auf eine Temperatur von -80°C die Bereitstellung einer wärmeabführenden Kühl-Flüssigkeit einer Temperatur von -85°C bis -90°C erforderlich macht, was die Verwendung eines zweistöckigen Rankin-Kryogenerators voraussetzt; jedoch sind derartige Kryogeneratoren voluminös, laut und bruchempfindlich.

Ausserdem ist es zur Abkühlung der Zelle notwendig einen wärmeabführenden Kühl-Flüssigkeitsvorrat vorzusehen, welcher bei sehr niedriger Temperatur fluide bleibt; zu diesem Zweck verwendet man gegenwärtig im wesentlichen das Methanol, da die anderen verfügbaren Flüssigkeiten, deren Verwendung gleichfalls in Frage käme, entweder äusserst teuer, oder aber bei Raumtemperatur flüchtig sind. Infolge seiner Toxizität ist es jedoch wahrscheinlich, dass auf kurze Sicht die Verwendung von Methanol in den Labors verboten sein wird.

Infolge ihrer relativen Zerbrechlichkeit sind die Rankin-Kryogeneratoren darüberhinaus nicht im Analysator integriert, was wiederum thermisch isolierte Verbindungslinien mit Letzteren erforderlich macht; jedoch sind diese Verbindungslinien eine Quelle von Undichtigkeitsrisiken sowie von beträchtlichen thermischen Verlusten, und letztendlich ist der Gesamtnutzeffekt dieser Kühlmittelquelle recht niedrig.

Es wird ausserdem auf die schwierige Beherrschung der Zelltemperaturen hingewiesen, welche sich aus dem Ungleichgewicht zwischen der verfügbaren Energie und der notwendigen Energie, sowie der Wärmeschocks, die auf die Zelle bei jeder Injektion der wärmeabführenden Kühl-Flüssigkeit einwirken, ergibt.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es eine Vorrichtung zur Abkühlung von flüssige Proben enthaltende

Zellen auf sehr niedrige Temperaturen bereitzustellen, insbesondere von Analyseproben von Erdölprodukten, wobei die genannten Nachteile vermieden werden.

Zu diesem Zweck betrifft sie eine Vorrichtung, welche dadurch gekennzeichnet ist, dass sie einerseits eine Abkühleinheit mit Stirlingkreislauf oder mit Treibgas und andererseits Wärmeübertragungselemente mit trockenem Kontakt aufweisen, welche auf diese Abkühleinheit aufmontiert sind und welche mit der die Analyseprobe enthaltenden Zelle in einer Weise in Wechselwirkung stehen, dass die besagte Probe auf die gewünschte Temperatur abgekühlt werden kann.

Die Abkühleinheiten mit Stirlingkreislauf oder mit Treibgas, welche insbesondere für die Abkühlung auf sehr niedrige Temperaturen mit elektronischen Komponenten ausgelegt wurden, sind schematisch zusammengesetzt aus einem Kompressionsmodul, welches mit einem Kühlfinger in Wechselwirkung steht, der an eine Wechselstromquelle angeschlossen und mit Mitteln ausgestattet ist, die zur periodischen Druckänderung des Hochdruck-Arbeitsgas geeignet ist, insbesondere von Helium, welches eine Arbeitskammer auffüllt, die sich auf verschiedene Abteile aufteilt, welche sich in das Kompressionsmodul und in den Kühlfinger erstrecken; dadurch ist es möglich in einem kalten Abteil, das sich am Ende des Kühlfingers gegenüber vom Kompressionsmodul oder dem ersten Ende befindet, eine Ausdehnung des Arbeitsgas zu ermöglichen, welche es erlaubt auf diese Weise eine äusserst niedrige Temperatur zu erhalten.

Erfindungsgemäss sind die Wärmeübertragungselemente mit trockenem Kontakt auf dem Kühlfinger auf der Höhe des ersten Endes montiert.

Die Konfiguration dieser Wärmeübertragungselemente hängt von der durchzuführenden Messung ab.

Gemäss einer Ausführungsform der Erfindung, welche beispielhaft an die Messung der Filtrierbarkeits-Grenztemperatur von Erdölprodukten gemäss der europäischen Norm pr EN 116 angepasst ist, bestehen die Wärmeübertragungselemente aus einem metallischen Rohrmantel, insbesondere aus Kupfer, welcher die Analyseprobe enthaltend die Probe umschliesst, und ist an seiner Seitenwand mit einer Muffe aus demselben Material gefertigt, wobei die Form und die Abmessungen denjenigen des ersten Endes des Kühlfingers entsprechen und welche dieses erste Ende bedecken.

Gemäss dieser Ausführungsform sind der Rohrmantel sowie das erste Ende des von der metallischen Muffe bedeckten Kühlfingers auf die innere Seite eines Wärmeschutzmantels enthaltend ein Wärmeschutzmaterial befestigt.

Die Konfiguration der Wärmeübertragungselemente kann selbstverständlich völlig verschieden, in Abhängigkeit von der durchzuführenden Messung sowie der Typs der zu kühlenden Zellen, vorgesehen sein.

In jedem Fall sind die Wärmeübertragungselemente mit einer Temperatursonde ausgestattet, welche mit Regulierungselementen in Wechselwirkung stehen, welche die Feinregulierung der Zelltemperatur erlauben.

Noch genauer gesagt umfasst eine Abkühleinheit mit Stirlingkreislauf in der Regel ein im wesentlichen zylindrisches Kompressionsmodul, sowie einen ebenfalls im wesentlichen zylindrischen Kühlfinger, der sich im Fortsatz des Kompressionsmoduls coaxial zum Modul aber mit geringem Durchmesser befindet.

Das Kompressionsmodul umfasst wenigstens einen von einem linearen oder rotativen Motor betriebenen Hauptkolben, der von der Wechselstromquelle angetrieben wird und der sich hin-und-her bewegt, um so das Arbeitsgas in einem Kompressionsabteil zu komprimieren. Der Kühlfinger wiederum umfasst einen hohlen elastisch aufgehängten Streichkolben, der mit einem Wärmeaustauscher aufgefüllt ist und





der sich mit der gleichen Frequenz aber zum Hauptkolben phasenverschoben bewegt und der in Wechselwirkung mit demselben steht, um den Druck des Arbeitsgas in den verschiedenen Abteilen der Arbeitskammer periodisch zu ändern; dieser Streichkolben unterteilt den Kühlfinger in seinem inneren Teil in zwei Abteile, welche untereinander über den Wärmeaustauscher in Verbindung stehen, nämlich einerseits das kalte Abteil, welches sich auf dem ersten Ende des Kühlfingers befindet und andererseits ein warmes Abteil, welches sich gegenüber von diesem Kühlfinger und verbunden mit dem Kompressionsabteil befindet.

Eine derartige Abkühlungseinheit, welche für sich bekannt ist, deren Konfiguration beispielsweise in den Dokumenten US-A-4 894 996 und US-A-5 088 288 beschrieben ist, sei in dieser Beschreibung aus Knappheitsgründen nicht weiter dargelegt.

Angesichts der durch die periodischen Bewegungen des Hauptkolbens sowie des Streichkolbens hervorgerufenen Vibrationen, muss die Abkühlvorrichtung gemäss der vorliegenden Erfindung zwingend mit Abfederungselementen für diese Vibrationen in Wechselwirkung stehen, sofern sie mit einer derartigen Abkühlungseinheit ausgestattet ist.

Zu diesem Zweck, und gemäss einer Weiterentwicklung der Erfindung, ist die Abkühlungseinheit mit Standbeinen, die kraftschlüssig auf seine Seitenwand an eine Balastplatte, insbesondere aus Stahl angepasstem Gewichts befestigt sind, im wesentlichen parallel zu seiner Longitudinalachse, auf mindestens drei, vorzugsweise vier, Stossdämpfer ruhend befestigt.

Die Eigenschaften der Vorrichtung welche Gegenstand der Erfindung sind werden im nachfolgenden anhand von Zeichnungen weiter veranschaulicht. Es zeigen:

die Fig. 1 in schematischer Darstellung eine Vorrichtung gemäss dem Stand der Technik.

die Fig. 2 in schematischer Darstellung ähnlich der Fig. 1 eine Vorrichtung gemäss der Erfindung.

die Fig. 3 die perspektivischer Darstellung einer Vorrichtung gemäss der Erfindung, angepasst auf die Bestimmung der Grenztemperatur der Filtrierbarkeit einer Probe, die in einer Zelle gemäss der Norm pr EN-116 enthalten ist.

die Fig. 4 die perspektivische Darstellung einer Vorrichtung gemäss der Erfindung angepasst auf die Bestimmung des Auftaupunkts einer Probe, die in einer Zelle enthalten ist.

Gemäss der Fig. 2 besteht die Abkühlvorrichtung aus der Verbindung einer Abkühlereinheit 10 mit Stirlingkreislauf oder mit Treibgas, sowie aus Wärmeübertragungselementen 11 mit trockenem Kontakt, welche die Abkühlung einer Zelle 12 enthaltend eine Analyseprobe auf eine gewünschte Temperatur erlauben.

Die Gesamtheit bestehend aus den Wärmeübertragungselementen 11 und der Zelle 12 ist auf der inneren Seite an einem Wärmeschutzmantel 13 befestigt, welcher ein Wärmeschutzmaterial 14 enthält. Eine Temperatursonde 15 erlaubt die Bestimmung der Zelltemperatur zu jedem Zeitpunkt.

Genauer gesagt besteht die Abkühlereinheit 10 aus einem Kompressionsmodul 16, welche mit einem Kühlfinger 17 in Wechselwirkung steht, dessen kaltes Ende 18 gegenüber vom Kompressionsmodul 16 die Wärmeübertragungselemente mit trockenem Kontakt trägt.

Aus beiden Fig. 3 und 4 ist ersichtlich, dass die Abkühlereinheit ein im wesentlichen zylindrisches Kompressionsmodul 16 umfasst, sowie einen Kühlfinger 17, der ebenfalls im wesentlichen zylindrisch ist und sich im Fortsatz des Kompressionsmoduls 16 koaxial zum Modul befindet; der Durchmesser des Kühlfingers 17 ist geringer, als derjenige des Kompressionsmoduls 16.

Die so aufgebaute Abkühlungseinheit 10 ist mit Standbei-

nen, die auf die Seitenwand des Kompressionsmoduls 16 angebracht sind, auf eine Balastplatte 20, insbesondere aus Stahl vorbestimmten Gewichts befestigt, um die Vibrationen, welche durch die hin-und-her Bewegungen des sich im Inneren der Abkühlungseinheit 10 bewegenden Kolbens ausgelöst werden, auszugleichen.

Wie in den Fig. 3 und 4 dargestellt befindet sich die Balastplatte parallel zur Longitudinalachse der Abkühlereinheit 10 und ruht auf vier Stossdämpfern 21.

Gemäss der Fig. 3 ist das kalte Ende des Kühlfingers 17 mit einer ringförmigen Muffe aus Kupfer 22 entsprechender Abmessungen bedeckt.

Die ringförmige Muffe 22 ist auf der Seitenwand eines Rohrmantels aus Kupfer 24 befestigt, welcher eine Zelle 25 zur Bestimmung der Grenztemperatur der Filtrierbarkeit einer Probe umgibt.

Gemäss der europäischen Norm pr EN 116 besteht die Zelle 25 aus einer Pipette 26 besonderer Form, bestehend aus einem Behälter, einem Eingangsrohr und einem Ausgangsrohr verbunden mit einer Vakuumquelle. Das Eintrittsrohr verläuft quer zu einem Verschluss 27, der den Rohrmantel 24 verschliesst, und ist an seinem unteren Ende zwischen den Filtrationselementen 29 an einem Behälter 28 verbunden, welcher die Analysenprobe enthält.

Ein Zentrierkorb 30 erlaubt die Einstellung des Eingangsrohrs an den inneren Teil des Rohrmantels 24.

Der Verschluss 27 ist darüber hinaus mit einer Temperatursonde 31 ausgestattet, was zu jedem Zeitpunkt die Temperaturbestimmung im Inneren des Behälters 28 erlaubt.

Gemäss der Fig. 3 bildet die Gesamtheit aus Rohrmantel 24 und ringförmiger Muffe 22, welche das kalte Ende 18 des Kühlfingers 17 bedeckt, die Wärmeübertragungselemente mit trockenem Kontakt 11.

Diese Gesamtheit 11 ist in Höhe des kalten Endes 18 des Kühlfingers 17 mittels einer Krampe 32 und eines oberen Rings 33 auf eine Balastplatte 20 befestigt.

Gemäss der Fig. 4, bestehen die Wärmeübertragungselemente mit trockenem Kontakt 11' aus einer metallischen Wärmeübertragungsplatte 35, welche auf den Kühlfinger 17 eingepasst ist und auf diesem mit einem Flansch 34 befestigt ist.

Die Übertragungsverkleidung 35 berührt das kalte Ende 18 des Kühlfingers 17 durch die innere Seite seines Bauchs 36.

Die äussere Seite des Bauchs 36 der Übertragungsverkleidung 35, welche sich gegenüber der inneren Seite, mit welcher sie das kalte Ende 18 des Kühlfingers 17 berührt, trägt eine Zelle 37 zur Bestimmung des Auftaupunkts einer Probe.

Diese Zelle 37 ist mit einem Auslass-Schlitz 39 der Analysenprobe sowie mit zwei optischen Sensoren 40 und 40' ausgestattet, welche respektive die Aufgabe des Senders und des Empfängers ausführen. Ein Temperatursensor 41, welcher auf der Zelle 36 mittels eines Flansch 39 befestigt ist, erlaubt die Proben temperatur zu jedem Zeitpunkt zu verfolgen.

Patentansprüche

1. Kühlvorrichtung für Zellen enthaltend mehr oder weniger viskose Flüssigkeitsproben, insbesondere Analyseproben von Erdölprodukten, insbesondere zur Bestimmung ihrer Grenztemperatur für die Filtrierbarkeit, ihren Auftaupunkt, ihren Abflussbeiwert oder ihren Trübungspunkt, innerhalb von Temperaturbereichen von zwischen +50 bis -120°C, dadurch gekennzeichnet, dass sie einerseits besteht aus einer Abkühlereinheit mit Stirlingkreislauf oder mit Treibgas (10), be-





stehend aus einem Kompressionsmodul (16), welches mit einem Kühlfinger (17) in Wechselwirkung steht, der an eine Wechselstromquelle angeschlossen und mit geeigneten Mitteln zur periodischen Druckänderung eines Hochdruck-Arbeitsgas ausgestattet ist, insbesondere von Helium, das eine in verschiedene Abteile aufgeteilte Arbeitskammer auffüllt, und welches sich im Kompressionsmodul (16) sowie im Kühlfinger (17) in einer Weise ausbreitet, dass in einem sich am Ende des Kühlfingers (17) gegenüber dem Kompressionsmodul (16) oder des ersten Endes (18) befindlichen kalten Abteil, eine Ausdehnung des Arbeitsgas erzielen lässt, welche auf diese Weise das Erhalten von Niedrig-Temperaturen ermöglicht, sowie andererseits Wärmeübertragungselemente mit trockenem Kontakt (11), welche auf dem auf der Höhe des ersten Endes (18) des Kühlfinger (17) aufmontiert sind und welche mit der Zelle, welche die Analysenprobe enthält, so in Wechselwirkung steht, dass die besagte Probe auf die erwünschte Temperatur abgekühlt werden kann.

2. Kühlvorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Wärmeübertragungselemente mit trockenem Kontakt (11) aus einem Rohrmantel insbesondere aus Kupfer (24) bestehen, welcher die Zelle (25) enthaltend die Analyseprobe umschliesst und auf seiner Seitenwand mit einer Muffe (22) ausgestattet ist, die aus demselben Material besteht, wobei die Form und die Abmessungen denjenigen der Zelle des ersten Endes des Kühlfingers entsprechen und welche das erste Ende umgeben.

3. Kühlvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Wärmeübertragungselemente (11) sowie das erste Ende (18) des Kühlfingers (17) auf die innere Seite eines Wärmeschutzmantels (13) befestigt sind, welcher ein Wärmeschutzmaterial (14) enthält.

4. Kühlvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Wärmeübertragungselemente (11) mit einer Temperatursonde (15) ausgestattet sind.

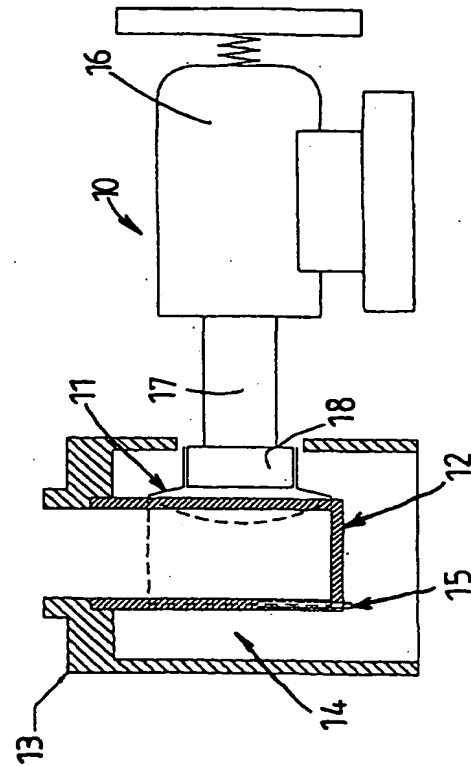
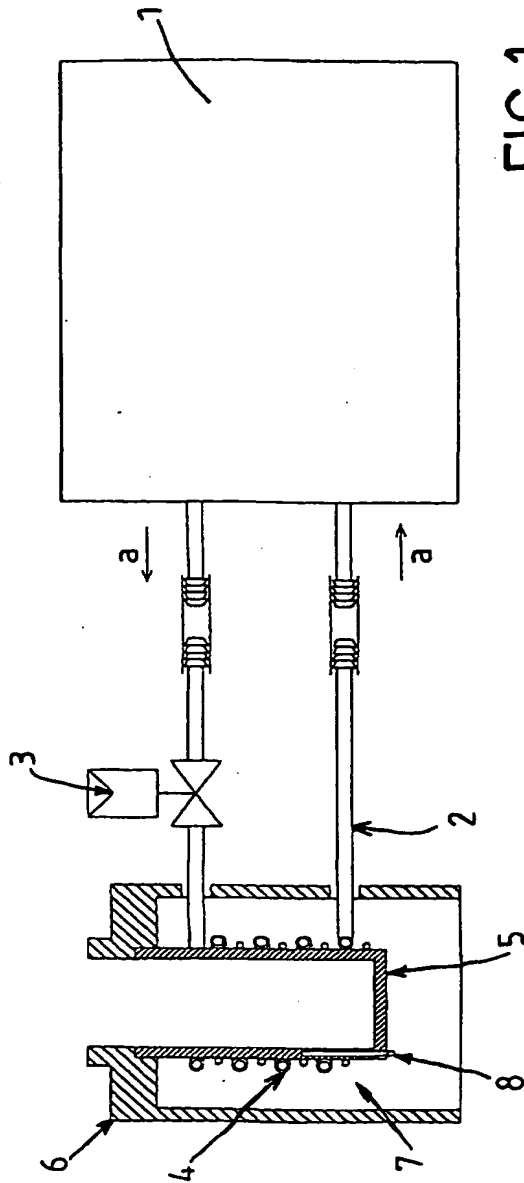
5. Kühlvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, in welchem die Abkühleinheit ein im wesentlichen zylindrisches Kompressionsmodul (16) aufweist, welches wenigstens einen Hauptkolben umfasst, der von einem von der Wechselstromquelle angetriebenen linearen oder rotativen Motor betrieben wird und der sich hin-und-her bewegt, um so das Arbeitsgas in einem Kompressionsabteil zu komprimieren, sowie einen Kühlfinger (17) der ebenfalls im wesentlichen zylindrisch ist und sich im Fortsatz des Kompressionsmoduls koaxial zum Modul befindet, aber einen geringeren Durchmesser aufweist sowie einen hohlen, elastisch aufmontierten Streichkolben umfasst, der mit einem Wärmeaustauscher aufgefüllt ist, der sich mit der gleichen Frequenz aber phasenverschoben wie der Hauptkolben und in Wechselwirkung mit demselben bewegt, um den Druck des Arbeitsgas in den verschiedenen Abteilen der Arbeitskammer periodisch zu ändern, dieser Streichkolben unterteilt den Kühlfinger (17) in seinem inneren Teil in zwei Abteile, welche untereinander über den Wärmeaustauscher in Verbindung stehen, einerseits nämlich das kalte Abteil, welches sich auf dem ersten Ende (18) des Kühlfingers (17) befindet und andererseits ein warmes Abteil, welches sich gegenüber von diesem Kühlfinger (17) und verbunden mit dem Kompressionsabteil des Kompressionsmoduls (16) befindet, dadurch gekennzeichnet, dass die Abkühlungseinheit (10) mit Standbeinen (19), welche

kraftschlüssig auf ihre Seitenwand befestigt sind, auf eine Balastplatte (20), insbesondere aus Stahl im wesentlichen parallel zur longitudinalachse und auf vier Stossdämpfern (21) ruhend, befestigt ist.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen



- Leerseite -



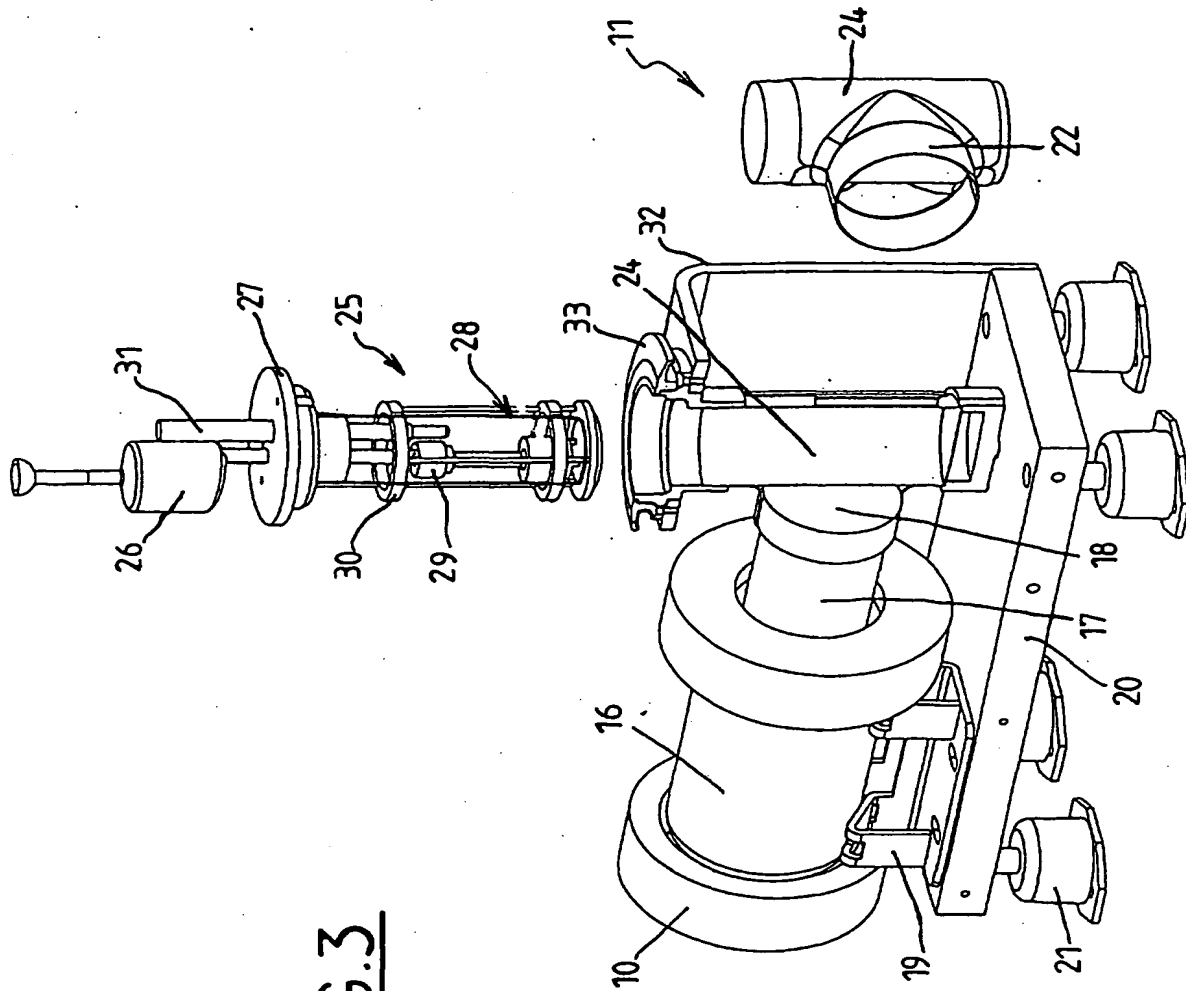


FIG. 3

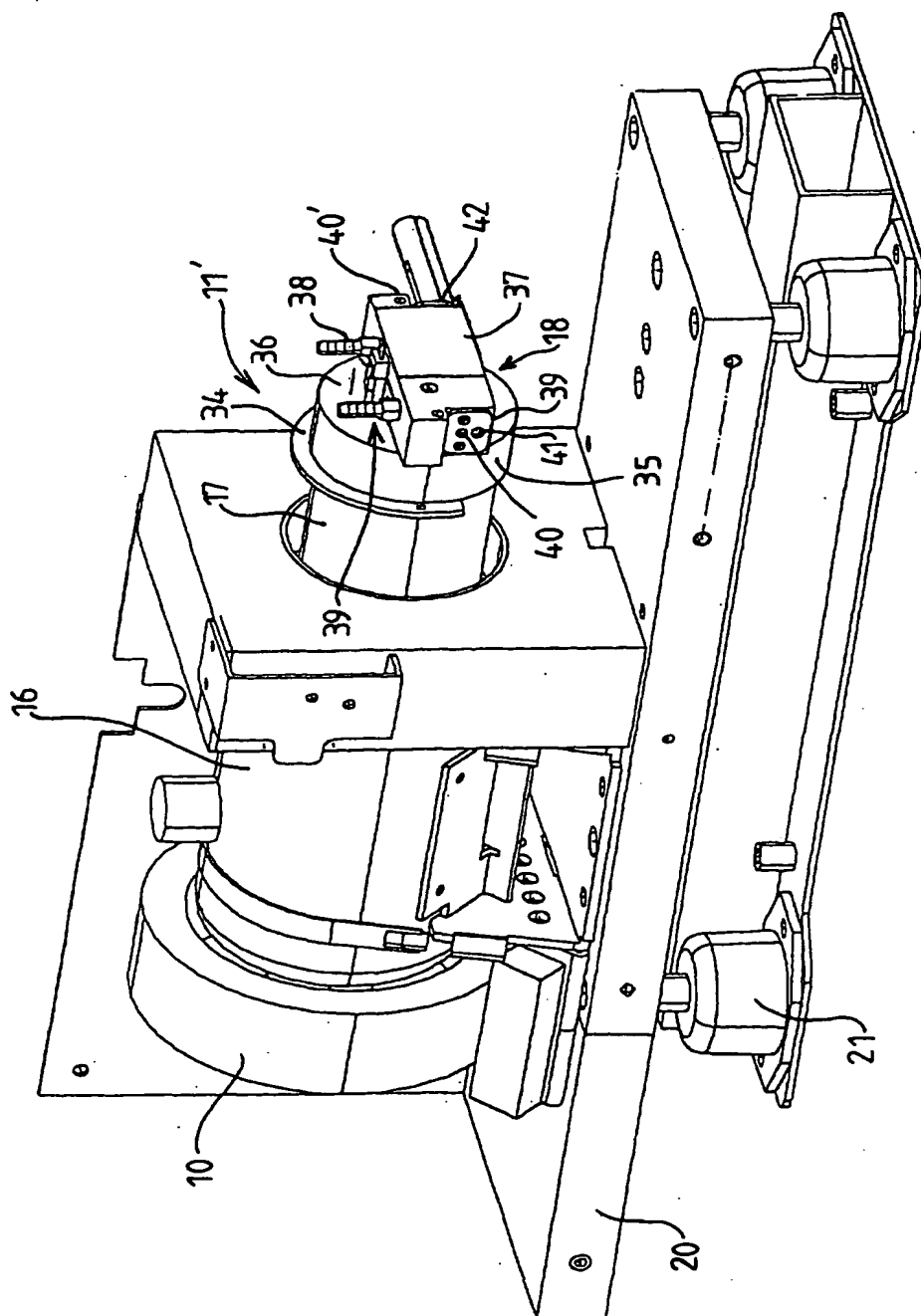


FIG. 4